

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-311929

(43)Date of publication of application : 28.11.1995

(51)Int.Cl.

G11B 5/66

C23C 14/34

G11B 5/85

H01F 10/16

H01F 41/18

(21)Application number : 07-051410

(71)Applicant : ASAHI KOMAGU KK

(22)Date of filing : 10.03.1995

(72)Inventor : MURAYAMA AKIHIRO

MIYAMURA KENRO

KONDO SHINJI

(30)Priority

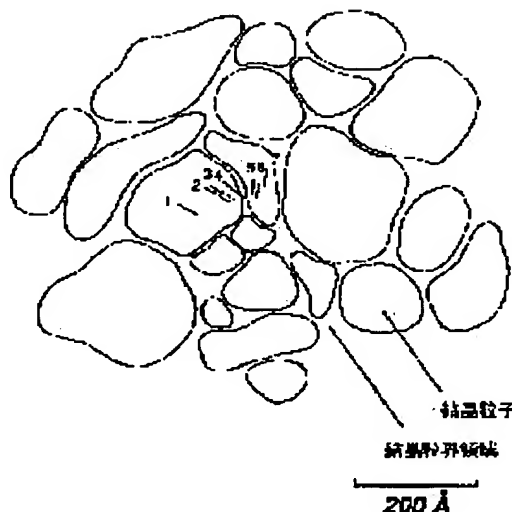
Priority number : 06 50819 Priority date : 22.03.1994 Priority country : JP

## (54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND ITS MANUFACTURE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a high coercive force, a remarkably low medium noise characteristic and a high productivity during mass production by separating crystal particles constituting a magnetic thin film by a crystal grain boundary part including an anti-ferromagnetic, non-metallic phase.

CONSTITUTION: After an NiP plating film of a 15 $\mu$ m thickness is formed on a surface of an aluminum disc substrate, the substrate is processed by a texture treatment. NiP/CoNiPtSiO/carbon films are sequentially laminated on the disc substrate of the magnetic recording medium formed by sputtering. When the magnetic film is to be formed, a sintered target containing 2-4atm.% of SiOg in an alloy of Co (81), Ni (7) and Pt (12) is used and an RF discharge is carried out. A film thickness of an undercoat film of NiP is 420 $\text{\AA}$ , and a thickness of the magnetic film is changed so that a product of thicknesses of remnant magnetization films becomes constant. The formed magnetic film of CoNiPt (SiOg)<sub>4</sub> is composed of very fine crystal particles of an approximately 50-250 $\text{\AA}$  particle size. The particles are separated each other owing to a grain boundary structure of about a 10-30 $\text{\AA}$  width. Accordingly, a coercive force of the magnetic film is greatly increased.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 23.08.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 19.06.2001

[Kind of final disposal of application other than  
the examiner's decision of rejection or  
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-311929

(43) 公開日 平成7年(1995)11月28日

(51) Int.Cl. <sup>9</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 1 1 B 5/66				
C 2 3 C 14/34		P 8414-4K		
G 1 1 B 5/85		C 7303-5D		
		Z 7303-5D		
H 0 1 F 10/16				

審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 9 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平7-51410

(22) 出願日 平成7年(1995)3月10日

(31) 優先権主張番号 特願平6-50819

(32) 優先日 平6(1994)3月22日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 593144666

旭コマグ株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目1番2号

(72) 発明者 村山 明宏

山形県米沢市八幡原4丁目2837番地9 旭

コマグ株式会社米沢工場内

(72) 発明者 宮村 賢郎

山形県米沢市八幡原4丁目2837番地9 旭

コマグ株式会社米沢工場内

(72) 発明者 近藤 新二

神奈川県横浜市神奈川区羽沢町1150番地

旭硝子株式会社中央研究所内

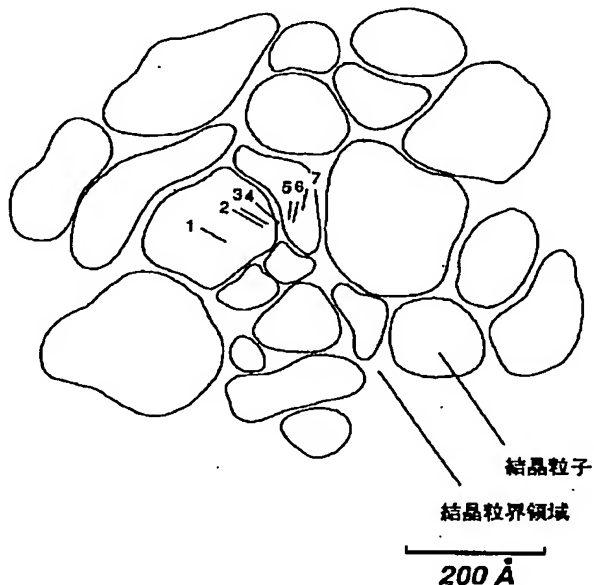
(74) 代理人 弁理士 泉名 謙治

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体とその製造方法

(57) 【要約】

【構成】磁性薄膜を構成する結晶粒子が、非強磁性非金属相を含む結晶粒界面により分離されていることを特徴とする磁気記録媒体。

【効果】高保磁力と著しく低い媒体ノイズ特性。量産にあたっての高い生産性。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】磁性薄膜を構成する結晶粒子が、非強磁性非金属相を含む結晶粒界面部により実質的に分離されていることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項 2】前記結晶粒子の直径が $10\text{Å}$ 以上  $500\text{Å}$ 以下、かつそれらの結晶粒子間の分離幅が実質的に  $2\text{Å}$ 以上  $50\text{Å}$ 以下であることを特徴とする請求項 1 記載の磁気記録媒体。

【請求項 3】前記結晶粒子間の分離幅が実質的に  $10\text{Å}$ 以上  $50\text{Å}$ 以下であることを特徴とする請求項 2 記載の磁気記録媒体。

【請求項 4】前記磁性薄膜の巨視的な組成が  $\text{Co}_{100-a-b-c-d}\text{Ni}_a\text{Cr}_b\text{Pt}_c\text{M}_d$  と表されることを特徴とする請求項 1 記載の磁気記録媒体。ただしここで M は非強磁性非金属元素または化合物であり、a、b、c および d は原子パーセントであって、 $0 \leq a \leq 15$ 、 $0 \leq b \leq 15$ 、 $0 < c \leq 20$ 、 $0 < d \leq 20$ 、かつ a と b は同時には 0 とならない。

【請求項 5】前記非強磁性非金属相が酸化物からなることを特徴とする請求項 1 記載の磁気記録媒体。

【請求項 6】前記酸化物が  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZrO}_2$  および  $\text{Y}_2\text{O}_3$  から選ばれた少なくとも 1 種類の酸化物であることを特徴とする請求項 5 記載の磁気記録媒体。

【請求項 7】スパッタ法による磁性薄膜の形成において、用いるターゲット中に予め酸化物からなる非強磁性非金属成分を含有させ、さらにそのスパッタ時に RF プラズマを用いることにより、作成された磁性薄膜を構成する結晶粒子間に非強磁性非金属相による分離構造を形成させることを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は磁気記録媒体に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】コンピュータなどの高容量の記録媒体として用いられているハード磁気ディスクの記録密度に対する要求は、年々増加の一途をたどっている。このようなハード磁気ディスクの高記録密度化への厳しい要求を達成するためには、その記録媒体である面内磁化磁性薄膜の高保磁力化と媒体ノイズの低減がきわめて重要となる。

【0003】現在、一般的に使用されている磁性膜の保磁力は  $1200 \sim 1600\text{ Oe}$  程度である。ここで保磁力に上限があるのは、使用する書き込み用ヘッドの発生する磁場に限界があるためである。しかし最近、より低い高さでヘッドを飛ばすことが可能になり、同じ磁場強度のヘッドを用いても、磁性薄膜に及ぼす磁界の強さとしては大きな磁界が印加できるようになった。さらに将来的にはヘッド自体に用いられる磁性膜材料や微細加工の進歩によるコイル部の精密加工により、ますますヘッドの発生

磁場の増加が期待されるようになった。

【0004】したがってこれらのヘッド技術やヘッドの低フライングハイト化との組み合わせにより、磁性薄膜の保磁力角型比を少なくとも  $0.7$  以上に保ちながら保磁力を  $1800\text{ Oe}$  以上とより大きくすることで、より高密度な磁気記録媒体が作成可能になる。このような高保磁力化の要求に応えるような磁性薄膜材料としては、 $\text{CoNiPt}$ 、 $\text{CoNiCrPt}$ 、 $\text{CoCrPt}$  などの  $\text{CoPt}$  系と、Cr 下地との組み合わせでその特性を発揮する  $\text{CoNiCr}$ 、 $\text{CoCrTa}$  などの  $\text{CoCr}$  系がある。

【0005】しかしその保磁力としては、例えば通常の磁気記録媒体に要求される残留磁化膜厚積  $3.5 \times 10^{-3}\text{ emu/cm}^2$  では  $1800\text{ Oe}$  程度が上限である。このうち  $\text{CoPt}$  系磁性薄膜では、IEEE Trans. Magn., MAG-19(1983)1514 や J. Appl. Phys., 54(1983)7089、IEEE Trans. Magn., MAG-19(1983)1638 などに示されているように、その Pt 組成を  $20 \sim 25$  原子%程度まで高めることでより高保磁力が達成されることが知られているが、著しいコストの増大を招き適当ではない。またこのような多量の Pt 元素の添加は残留磁化の大幅な低下を招き記録再生上好ましくない。したがって現在コスト的に引き合う  $10\%$  前後の低 Pt 組成でより高保磁力が達成できれば工業的に大きな意味を持つことになる。

【0006】Cr 下地膜上に B を添加した  $\text{CoCrPtB}$  膜を形成することにより  $2000\text{ Oe}$  以上の高保磁力を達成したとの報告があるが（第 14 回日本応用磁気学会 8p B-18(1990)）、その作成プロセスは基板温度として  $280^\circ\text{C}$ 、かつ  $-300\text{V}$  の基板バイアスを必要としており、量産性にはなはだ問題がある。

【0007】さらに磁気記録媒体にとっては、記録再生時にその媒体に起因するノイズが低いことも、高密度磁気記録を達成する上で非常に重要である。一般に薄膜メディアの媒体ノイズは、磁区遷移境界領域の磁区構造の乱れ、いわゆる“Zig-zag Domain”の形成に起因するものが支配的であり、これは磁性薄膜の結晶粒構造に大きく左右される。

【0008】特に磁性膜を構成する数百 Å 程度以下の微細な結晶粒子構造において、その結晶粒子間に働く、数原子程度の近距離かつきわめて強い磁氣的相互作用である交換相互作用を何らかの方法により遮断する、すなわち強磁性結晶粒子間の磁氣的分離をはかることが媒体ノイズの抑制に非常に効果的であるという理論的提案がなされている（J. Appl. Phys., 63, 3248(1988)）。

【0009】したがって媒体ノイズ改善のためには磁性薄膜の結晶粒構造を改質、制御するために磁性膜合金成分の検討やスパッタプロセス制御が必要である。一般に  $\text{CoPt}$  系磁性膜に対して  $\text{NiPt}$  スパッタ下地膜を用いることで媒体ノイズの低減が図れることが見いだされている

(U.S.P. 4786564)。これは  $\text{NiPt}$  下地膜の結晶粒構造が磁性膜の結晶粒構造を制御する効果を利用したものであ

10

20

30

40

50

る。

【0010】さらにCoNiPt磁性膜にCrを添加したCoNiCrPt磁性膜を用いることにより、孤立再生波半値幅などの高周波特性やオーバーライト特性の劣化なしに、より一層の低媒体ノイズ特性が得られることも提案されている(U.S.P.5180640)。

【0011】しかし今後の高密度磁気記録においては、現在用いられている薄膜ヘッドやMIGヘッドなどの誘導起電圧タイプのヘッドに代わって、磁気抵抗効果を利用したいわゆるMRヘッドがきわめて効果的でありその実用は必至のものであると考えられている。このMRヘッドの特性上重要なこととして、ヘッド自体に起因するノイズが通常の誘導起電圧タイプのヘッドに比べ著しく低いことがあげられる。そのため磁性膜に起因するいわゆる媒体ノイズを従来のものに比べ一段と低減させなければ、MRヘッドの持つ優れた高密度記録特性を発揮させることができない。

【0012】したがってこれからの磁性膜に必要なノイズ特性としては、上述したような方法では不十分であり、したがってNiPスパッタ膜を下地としたCoNiCrPt系磁性膜でさらにその磁性膜材料や作成プロセスを改良するという相乗効果により、より一層の媒体ノイズ低減を実現する必要がある。

【0013】以上によりNiPスパッタ膜を下地としたCoNiPtやCoNiCrPt系磁性膜において、上述した高保磁力化と媒体ノイズ改善が達成されれば、MRヘッドを用いた次世代磁気記録を含めより高密度での磁気記録が達成されることが期待される。

【0014】このような高保磁力化と媒体ノイズ低減に対する理論的指針としては、前述したように磁性膜を構成する結晶粒子を各々磁気的に分離させ、かつその結晶粒子径を小さくすることが望ましい。このような結晶粒子の磁気的分離を促進する方法としてはまず、下地膜を用いて結晶粒子の成長を制御しその粒子間を空間的に分離する方法が考えられる。しかし例えば現在知られている有効な下地膜であるNiP下地膜やCr下地膜ではまだそのような磁性膜結晶粒子間分離効果は小さく不十分であることは既に述べたとおりである。

【0015】次にCoCr系磁性膜において、十分な基板温度や基板バイアス印加などを行うことにより、結晶粒子内にCoとCrの組成比の違う領域を生じさせる、いわゆる相分離構造の形成が知られている(Jpn.J.Appl.Phys.,25,L668(1986)、IEEE Trans.Magn.,MAG-24,3012(1988)、Jpn.J.Appl.Phys.,29,1705(1990))。

【0016】しかしそのデータを見ると、形成された相分離構造は大きな結晶粒子内にきわめて不規則な形で形成されており、かつ部分的には1000Å程度にも及ぶ大きな未分離領域が見られ、将来的な高密度記録においては問題を生じることが考えられる。またこのようなCoとCrの有効な相分離構造を形成させるには、300℃近い高基

板加熱や基板バイアス印加など生産上問題を生じさせるスパッタ条件の設定が不可欠でありその量産性には大きな問題がある。

【0017】また本発明者らの検討によれば、このようなCrを20原子%程度も含有するCoCr系合金膜ではその飽和磁化は著しく低下し、そのために十分な磁気記録再生出力を得るために必要な磁性膜厚は増加してしまう。かかる磁性膜厚の増加は記録再生時の孤立再生波時間半値幅や高周波特性の劣化をひき起こし高密度記録には不適となる。

【0018】したがって飽和磁化の低下の少ない合金組成を持つ磁性膜でかつ十分な生産性を持つ作成プロセスで、磁性膜を構成する結晶粒子が十分微細でありかつその結晶粒子間に有効な磁気的分離構造を何らかの方法で持たせることができれば、将来の高密度磁気記録において必要となる高保磁力と十分低い媒体ノイズ特性を得られることになる。

【0019】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、前述の問題点を解決しようとするものであり、将来の高密度磁気記録において必要になる高保磁力と、特に磁気抵抗効果を用いたいわゆるMRヘッドに対応できる十分低い媒体ノイズ特性を得るための、飽和磁化の低下の少ない合金成分でかつその作成プロセスが高い生産性を持つ磁性膜と、その磁性膜を用いた磁気記録媒体を新規に提供することを目的としている。

【0020】

【課題を解決するための手段】本発明は上述の課題を解決するためになされたものであり、磁性薄膜を構成する結晶粒子が、非強磁性非金属相を含む結晶粒界面部により実質的に分離されていることを特徴とする磁気記録媒体を提供するものである。

【0021】特に前記結晶粒子の直径が10Å以上500Å以下、かつそれらの結晶粒子間の分離幅が実質的に2Å以上50Å以下であることが好ましく、またさらに該分離幅が実質的に10Å以上50Å以下であることが好ましい。

【0022】ここで、本発明で用いられる磁性膜はCo系合金膜であり、微視的には結晶粒子の集合体であるいわゆる多結晶膜となっている。磁性膜の結晶粒子構造は、その膜面に対して垂直に透過する電子線を用いた透過型電子顕微鏡により求められる。そして結晶粒子径とは、膜面内方向の各結晶粒子の最大直径として定義され、粒子間分離幅は各結晶粒子間の最も狭い分離の0でない距離を意味する。

【0023】磁性薄膜を製造するうえで不可避免的なバラツキにより結晶粒子がきわめて局所的に接触することが避けられないが、本発明の目的を妨げない範囲であれば差し支えない。本発明においては、かかるきわめて局所的な接触を除いて、結晶粒子が互いに実質的に分離しているものである。

【0024】また本発明は、上記磁性薄膜の巨視的な組成が $\text{Co}_{100-a-b-c-d} \text{Ni}_a \text{Cr}_b \text{Pt}_c \text{M}_d$ と表され、その磁性薄膜を構成する結晶粒子が直径が $10 \text{ \AA}$ 以上  $500 \text{ \AA}$ 以下であり、かつそれらの結晶粒子間が $2 \text{ \AA}$ 以上 $50 \text{ \AA}$ 以下の範囲で非強磁性非金属相により分離されていることを特徴とする磁気記録媒体を提供するものである。ただしここでMは非強磁性非金属元素または化合物であり、a、b、cおよびdは原子パーセントであって、 $0 \leq a \leq 15$ 、 $0 \leq b \leq 15$ 、 $0 < c \leq 20$ 、 $0 < d \leq 20$ 、かつaとbは同時には0とならない。Mが化合物の場合は、dは上記磁性薄膜のなかでの化合物分子としてのパーセントを表す。

【0025】本発明において、上記非強磁性非金属相として酸化物からなる非金属相を選ぶことができる。また、該酸化物として $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZrO}_2$ および $\text{Y}_2\text{O}_3$ のうちの少なくとも1種類を選ぶことができる。

【0026】また本発明はスパッタ法による磁性薄膜の形成において、用いるターゲット中に予め酸化物などの非強磁性非金属成分を含有させ、さらにそのスパッタ時にRFプラズマを用いることにより、作成された磁性薄膜を構成する結晶粒子間に非強磁性非金属相による分離構造を形成させることを特徴とする磁気記録媒体の製造方法を提供するものである。

【0027】この場合、上記磁性薄膜を、0.1～10体積%の窒素ガスを含有させたArガスを用いたスパッタ法により形成することができる。

【0028】前述したようにこれから高密度磁気記録においては、飽和磁化の低下の少ない合金磁性膜でかつその作成プロセスは十分な量産性を持ち、形成された磁性膜は微細な結晶粒子構造を持ちかつその結晶粒子間に有効な磁気的分離構造を何らかの方法で持たせ、その結果として高保磁力と十分低い媒体ノイズ特性を実現することが特に望まれる。

【0029】本発明においては、この目的を達成するための手段として、Mを酸化物などの非強磁性非金属成分とした場合、磁性薄膜の巨視的な組成が $\text{Co}_{100-a-b-c-d} \text{Ni}_a \text{Cr}_b \text{Pt}_c \text{M}_d$ と表され、その各組成が原子パーセントで、各々、 $0 \leq a \leq 15$ 、 $0 \leq b \leq 15$ 、 $0 < c \leq 20$ 、 $0 < d \leq 20$ 、かつaとbは同時には0とならない磁性膜を提案する。

【0030】ここでスパッタ法による磁性薄膜の形成においては、用いるターゲット中に予め酸化物などの非強磁性非金属成分を含有させ、さらにそのスパッタ時にRFプラズマを用いることにより、その磁性薄膜を構成する結晶粒子が直径が $10 \text{ \AA}$ 以上  $500 \text{ \AA}$ 以下であり、かつそれらの結晶粒子間の分離幅が実質的に $2 \text{ \AA}$ 以上 $50 \text{ \AA}$ 以下の範囲で非強磁性非金属相により分離されている磁性膜構造を実現させる。

【0031】前述したようにこれからMRヘッドを含めた高密度記録化に対応するためには、現在よりも一段と高い保磁力と大幅な媒体ノイズ改善が不可欠である。そ

して本発明者らはこのような保磁力と大幅な媒体ノイズ改善を実現するために、磁性膜の結晶粒子構造を下地膜やスパッタ条件などで制御するべく検討を行ったが、目標とするような特性を得ることができなかった。

【0032】そこでCoPt系磁性膜自体に種々の添加物を加えることを試みた結果、スパッタ法による磁性薄膜の形成において、用いるターゲット中に予め酸化物などの非強磁性非金属成分を含有させ、さらにそのスパッタ時にRFプラズマを用いることにより磁性薄膜中に酸化物などの非強磁性非金属成分を添加させることにより、その磁性膜を構成する結晶粒子が直径が $10 \text{ \AA}$ 以上  $500 \text{ \AA}$ 以下であり、かつそれらの結晶粒子間が $2 \text{ \AA}$ 以上 $50 \text{ \AA}$ 以下の範囲で添加した非強磁性非金属相により分離されているという構造を実現させることに成功した。さらにこのようにして作成された結晶粒子構造を持つ磁性膜は、今目標とする十分高い保磁力と大幅な媒体ノイズ改善効果を持つことを明らかにした。

【0033】ここで磁性膜を構成する結晶粒子径が $10 \text{ \AA}$ 未満であると強磁性を示さずいわゆる超常磁性になり磁気記録上必要な保磁力や残留磁化が大幅に減少してしまうため不適であり、また  $500 \text{ \AA}$ を超えると今問題にしている記録ビット間の磁化遷移領域と同じ程度の大きさとなり媒体ノイズが増大してしまうため不適である。

【0034】また結晶粒子間分離幅は $2 \text{ \AA}$ 未満では媒体ノイズを引き下げるような交換相互作用の十分な遮断がなされないため媒体ノイズ改善がなされず、特に $10 \text{ \AA}$ 以上が好ましい。また結晶粒子間分離幅が $50 \text{ \AA}$ を超えると磁性膜密度がかなり低くなるため前述したように十分な磁気記録再生出力を得るために必要な磁性膜厚は増加してしまい、そのような磁性膜膜厚の増加は記録再生時の孤立再生波時間半値幅や高周波特性の劣化を引き起こし高密度記録には不適となる。

【0035】また磁性膜中に含有させる非強磁性非金属成分の含有量（非強磁性非金属成分が化合物の場合は、磁性薄膜のなかでの化合物分子としてのパーセント。以下同じ。）が20原子%を超えるとやはり飽和磁化の著しい低下を招き不適である。

【0036】本発明者らは実際にこのような方法で作成した磁性膜の結晶粒子構造を、原子オーダーの分解能を持つ高分解能透過電子顕微鏡や、高分解能透過電子線を用いた空間分解能 $10 \text{ \AA}$ のエネルギー分散型元素分析器により実際に分析、上述したような非強磁性非金属成分を持つ結晶粒子間分離構造を実際に確認している。そしてこのような結晶粒子間に強磁性の源である交換相互作用を遮断する働きを持つ非強磁性非金属成分を実際に確認したのは本発明が初めてである。

【0037】さらに本発明者らは、磁性膜の磁気特性、特に磁気記録特性に大きな影響を与える保磁力や媒体ノイズと密接な関係のあるこのような結晶粒子間分離の程度、すなわち分離幅は、予めターゲット中に添加される

酸化物の量により容易に制御されることも見いだした。すなわち本発明で述べられた結晶粒子構造制御法は高い生産性を持つものであり、磁性膜の磁気特性や記録密度特性そのものを改善するほかに、従来、このような磁気ディスクの量産時において問題となっていた磁気特性の制御に対してきわめて有用であるといえる。

【0038】上記した方法により、将来の高密度磁気記録において必要になる高保磁力と、特に磁気抵抗効果を用いたいわゆるMRヘッドに対応できる十分低い媒体ノイズ特性を得るための、飽和磁化の低下の少ない合金成分でかつその作成プロセスが高い生産性を持つ磁性膜と及びその磁性膜を用いた磁気記録媒体を得ることが可能になった。

【0039】

【実施例】

【実施例1】表面に膜厚 $15\mu\text{m}$ のNiP メッキ膜を施した後、テクスチャー処理を施したアルミニウムディスク基板上に、NiP/CoNiPtSiO/カーボン膜を順次積層してなる磁気記録媒体をスパッタ法により形成した。磁性膜を作成する際には、Co(81)Ni(7)Pt(12)合金にSiO<sub>2</sub>を2および4原子%含有させた焼結ターゲットを使用し、RF放電を用いた。またNiP 下地膜厚は420Å、磁性膜厚は残留磁化膜厚積が一定になるように変えてある。成膜時には0.1%の窒素ガスを含むArガスを使用し、その圧力を20mTorrとした。また成膜時には積極的な基板加熱や基板バイアス印加は行っていない。

【0040】得られた磁気記録媒体の振動試料型磁力計で測定した磁気特性ならびに磁気記録特性を、SiO<sub>2</sub>を添加しない場合のCo(81)Ni(7)Pt(12)合金ターゲットを用いた場合との比較で表1に示す。

【0041】また表中には透過型電子顕微鏡により観察した結晶粒子構造より求められた、各結晶粒子間の分離幅も示してある。観察に用いたサンプルは、実際にアルミニウムディスク上に形成された磁気記録媒体を、機械的研磨とイオンシニング法により薄片化したものを用いた。

【0042】磁気記録特性は浮上高さ $0.1\mu\text{m}$ の薄膜ヘッドにより書き込み、再生を行うことにより測定した。書き込み電流は27mAであった。また書き込み信号の周波数は5MHzを用いた。測定したサンプルはその残留磁化膜厚積がほぼ同じになるように磁性膜の膜厚は調整されている。

【0043】結果を見ると、SiO<sub>2</sub>を添加しない場合は結晶粒子は実質的に分離せず(分離幅0)、SiO<sub>2</sub>添加により結晶粒子間に分離構造が形成され、その分離幅はSiO<sub>2</sub>添加量を増やすと増加し、同時に磁性膜の磁気ヒステリシス上の保磁力は大幅に増加している。また角型比はやや減少するがこれは実用上問題にならない程度である。また磁気記録特性上はSiO<sub>2</sub>添加により、著しく媒体ノイズが改善されていることがわかる。今SiO<sub>2</sub>を添加した場

合、XPS 分析により磁性膜に含まれているSiはSiO<sub>2</sub>の形で含まれていることが明らかになった。すなわち添加されたSiO<sub>2</sub>はそのままの形で磁性膜中に存在していることになる。

【0044】また実際にこのような方法で作成した磁性膜の結晶粒子構造を、高分解能透過電子線を用いた空間分解能10Åのエネルギー分散型元素分析器により実際に分析した。まず透過電子顕微鏡により観察したCo<sub>79</sub>Ni<sub>16</sub>Pt<sub>11</sub>(SiO<sub>2</sub>)<sub>4</sub>(以下、CoNiPt(SiO<sub>2</sub>)<sub>4</sub>と書く)磁性膜の結晶粒子構造を模式的に図1に示す。

【0045】ここで図中に示すように、作成されたCoNiPt(SiO<sub>2</sub>)<sub>4</sub>磁性膜はその粒子径が50Åから250Å程度の非常に微細な結晶粒子より構成され、それぞれの粒子は10Åから30Å程度の幅を持つ粒界構造により分離されていることがわかる。このような結晶粒子分離構造の幅は表1に記載してあるように、SiO<sub>2</sub>の添加量により制御できる。次にこの粒界構造の成分について明らかにするために、図中に番号で示した場所に対して透過電子線を用いた空間分解能10Åのエネルギー分散型元素分析器により実際に元素分析を行った。測定結果の一部を図2に示す。

【0046】これより粒界部にはSiとOが含まれ、前述のXPSの結果に基づいて考えるとSiO<sub>2</sub>が含まれていることは明らかである。これに対して結晶粒子内部にはSiは検出されずまたOも少ない。ここで結晶粒子内部に検出されるOの量は電子顕微鏡サンプル作成時に磁性膜が一部酸化したとすることで十分説明される微量なものである。

【0047】次に各分析点の元素分析結果を元に、検出されたSi、O、Coの各検出信号強度を分析点1を基準にしてプロットした結果を図3に示す。また図中には実際の粒界部分も示してある。この結果より明らかに添加されたSiO<sub>2</sub>は粒界部分に相分離して存在していることがわかる。したがってこのように非強磁性非金属成分により各々の十分粒径の小さなCo合金結晶粒子が分離され、その結果として結晶粒子間の強い磁気的交換相互作用が弱められていることが、このSiO<sub>2</sub>添加CoNiPt磁性膜の著しい高保磁力と十分低い媒体ノイズの起因となっていることが確かめられた。

【0048】【実施例2】実施例1と同様に、表面に膜厚 $15\mu\text{m}$ のNiP メッキ膜とテクスチャー処理を施したアルミニウムディスク基板上に、NiP/CoNiCrPtSiO/カーボン膜を順次積層してなる磁気記録媒体をスパッタ法により形成した。磁性膜を作成する際には、Co(77)Ni(7)Cr(4)Pt(12)合金焼結ターゲット上に $5\text{mm}\times 5\text{mm}\times 1\text{mm}$ 厚のSiO<sub>2</sub>チップを面積比で19%になるように均一に配置した複合ターゲットを使用し、RF放電を用いた。また実際に形成された磁性膜の組成は、オージェ電子分光により、Co<sub>71</sub>Ni<sub>16</sub>Cr<sub>4</sub>Pt<sub>11</sub>(SiO<sub>2</sub>)<sub>8</sub>と求められた。ただし上記組成においては、不可避免的に含まれる残留酸素の含有量

は除いてある。またNiP 下地膜厚は 210Å、磁性膜厚は 500Åとした。成膜時には 0.1%の窒素ガスを含むArガスを使用し、その圧力を20mTorrとした。また成膜時には積極的な基板加熱や基板バイアス印加は行っていない。

【0049】得られた磁気記録媒体の振動試料型磁力計で測定した磁気特性を、SiO<sub>2</sub>を添加しない場合のCo(77)Ni(7)Cr(4)Pt(12)合金ターゲットを用いた場合との比較で表2に示す。また表中には透過型電子顕微鏡により観察した結晶粒子構造より求められた、各結晶粒子間の分離幅も示してある。観察に用いたサンプルは、実施例1と全く同様に、実際にアルミニウムディスク上に形成された磁気記録媒体を、機械的研磨とイオンシニング法により薄片化したものを用いた。

【0050】SiO<sub>2</sub>を添加しない場合は結晶粒子は実質的に分離せず(分離幅0)、SiO<sub>2</sub>添加により結晶粒子間に分離構造が形成され、同時に磁性膜の保磁力は大幅に増加していることがわかる。また角型比はやや減少するがこれは実用上問題にならない程度である。また、高密度磁気記録を実現するために非常に重要である媒体ノイズもSiO<sub>2</sub>添加により著しく低減し、結果として再生信号とノイズの強度比であるS/N値が改善されていることがわかる。

【0051】次に、結晶粒子構造を高分解能透過電子線を用いた空間分解能10Åのエネルギー分散型元素分析器により実際に分析した。まず透過電子顕微鏡により観察したSiO<sub>2</sub>添加CoNiCrPt磁性膜の結晶粒子構造を模式的に図4に示す。磁性膜はその粒子径が50Åから200Å程度の非常に微細な結晶粒子より構成され、それぞれの粒子は10Åから40Å程度の幅をもつ粒界構造により明瞭に分離されていることがわかる。

【0052】次にこの粒界構造の成分について明らかにするために、図中に番号で示した場所に対して、透過電子線を用いた空間分解能10Åのエネルギー分散型元素分析器により実際に元素分析を行った。測定結果の一部を図5に示す。

【0053】これより粒界部3にはSiと多量のOが含まれ、一方結晶粒子内部4にはSiやOはほとんど観測され

なかった。そして、他の結晶粒子内部の観測点でも同様にSiやOはほとんど観測されなかった。各分析点の元素分析結果をもとに、検出されたSi、O、Coの各検出信号強度を分析点1を基準にしてプロットした結果を図6に示す。また、図中には実際の粒界部分も示してある。

【0054】この結果より添加されたSiO<sub>2</sub>は明らかに磁性薄膜を構成する結晶粒子と相分離して粒界部分に存在していることがわかる。すなわち、CoNiCrPtSiO<sub>2</sub>磁性膜においても、実施例1のCoNiCrPtSiO<sub>2</sub>磁性膜と全く同様に、非強磁性非金属成分であるSiO<sub>2</sub>が結晶粒子の粒界部に偏析しており、その粒界構造により各々の粒径の小さなCo合金結晶粒子が分離されていることが確かめられた。そしてその結果として、著しい高保持力特性と低媒体ノイズ特性が発現していることが確かめられた。

【0055】上記実施例において示されたように、添加される酸化物としてSiO<sub>2</sub>を選んだ場合、添加されるSiO<sub>2</sub>の組成が、2原子%未満では、今後の高密度磁気記録の実現のために重要となる保磁力が1600~1800 Oe またはそれ以上の水準に達せず、かつ再生出力に対する媒体ノイズの強度比であるS/Nが2原子%以上を含む場合のS/Nの値に比べて有意に低いため、本発明の効果を得るためには不十分である。また、その添加量が20原子%より多いと、残留磁化膜厚積が無添加の場合のおおよそ50%程度にまで減少し、これは著しい再生出力の低下につながり好ましくない。また、同時に角型比も0.7より小さくなり、このことも再生出力や高周波特性の大幅な低下につながるため好ましくない。

【0056】勿論このような有用な磁気特性および磁気記録特性をもたらす、磁性膜中の本発明で規定されたような結晶粒子構造およびその作成手段はNiP 下地膜を用いた他の組成のCoPt系磁性膜においても確認された。また本発明はNiP 下地膜を用いたCoPt系磁性膜にのみ限定されるものでなく、他の高密度磁気記録媒体用磁性合金膜や他の下地膜を用いた場合にも、その作成プロセスを最適化することにより適用可能であることも明らかである。

【0057】

【表1】



磁性合金	$\text{Co}_{81}\text{Ni}_7\text{Pt}_{12}$	$\text{Co}_{80}\text{Ni}_7\text{Pt}_{11}(\text{SiO}_2)_2$	$\text{Co}_{79}\text{Ni}_8\text{Pt}_{11}(\text{SiO}_2)_4$
膜厚 [Å]	458	500	550
結晶粒径 [Å]	180~ 270	150~ 200	105~150
結晶粒子間 分離幅 [Å]	0	5~ 10	10~ 30
保磁力 [Oe]	1680	2009	2414
残留磁化膜厚積 [ $10^{-3}\text{emu/cm}^2$ ]	3.24	3.36	3.22
保磁力 角型比 $S^*$	0.903	0.894	0.869
再生出力 [mV]	0.330	0.350	0.322
媒体ノイズ [ $\text{mV}^2$ ]	21.53	15.67	12.31
S/N [dB]	23.28	27.26	29.37

【0058】

【表2】

磁性合金	$\text{Co}_{77}\text{Ni}_7\text{Cr}_4\text{Pt}_{12}$	$\text{Co}_{71}\text{Ni}_8\text{Cr}_4\text{Pt}_{11}(\text{SiO}_2)_8$
膜厚 [Å]	500	500
結晶粒径 [Å]	230~ 300	40~ 160
結晶粒子間 分離幅 [Å]	0	10~ 40
保磁力 [Oe]	1068	2001
残留磁化膜厚積 [ $10^{-3}\text{emu/cm}^2$ ]	3.25	2.09
保磁力 角型比 $S^*$	0.917	0.866
再生出力 [mV]	0.738	0.442
媒体ノイズ [ $\text{mV}^2$ ]	17.56	1.42
S/N [dB]	21.44	35.50

【0059】

【発明の効果】本発明により、将来の高密度磁気記録において必要になる2000 Oe以上の高保磁力と、特に磁気抵抗効果を用いたいわゆるMRヘッドに対応できる十分低い媒体ノイズ特性を得ることができた。

【0060】さらに本発明によれば磁気記録特性の高周波数特性に悪い影響を与える飽和磁化や角形比の低下の少ない合金成分で、かつその作成プロセスが高い生産性を持つ磁性膜とその磁性膜を用いた磁気記録媒体において、前述したような高保磁力と著しく低い媒体ノイズ特性を得ることが可能となった。

【0061】さらに本発明においては、このような優れた磁気特性をもたらす結晶粒子間分離構造を、用いるターゲット中に添加する酸化物の量により容易に制御することができ、このため量産にあたって高い生産性を有す

るものである。

【0062】また本発明においては磁性膜結晶粒子間の磁気的分離は空隙を利用したものではなく組成の違いを利用して、磁性膜の機械的強度は低下しない。すなわちハード磁気ディスクなどで問題となるヘッドとディスクの摩擦や磨耗、あるいはヘッド起動終了時におけるいわゆるCSSと呼ばれる動作に対する機械的強度の低下が見られないという効果を有する。またこのような場合、耐湿度や耐薬品性も損なうことなく総合的な磁気記録媒体としての信頼性も優れた媒体を作成することができる。

【図面の簡単な説明】

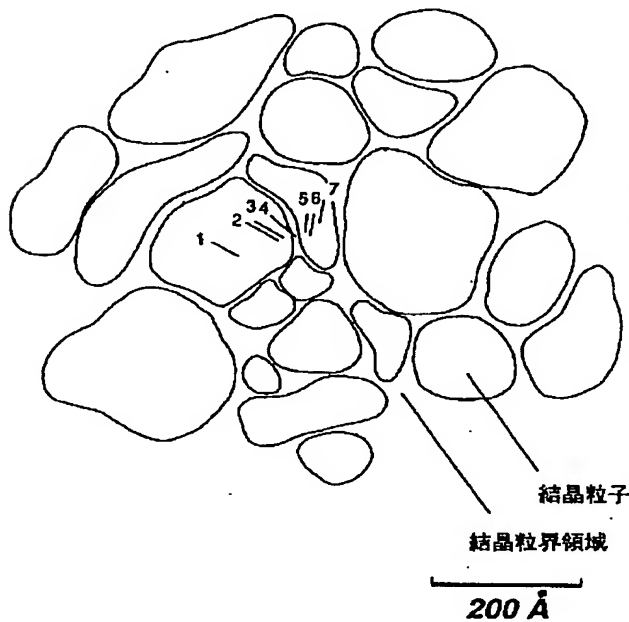
【図1】透過電子顕微鏡により観察した、 $\text{CoNiPt}(\text{SiO}_2)_4$  磁性膜の結晶粒子構造の模式図。図中の1~7は元素分析点を示す。

【図2】 (a) 図1中の4の点における透過電子線エネルギー分散型元素分析器の分析スペクトル、(b) 図1中の5の点における透過電子線エネルギー分散型元素分析器の分析スペクトル。

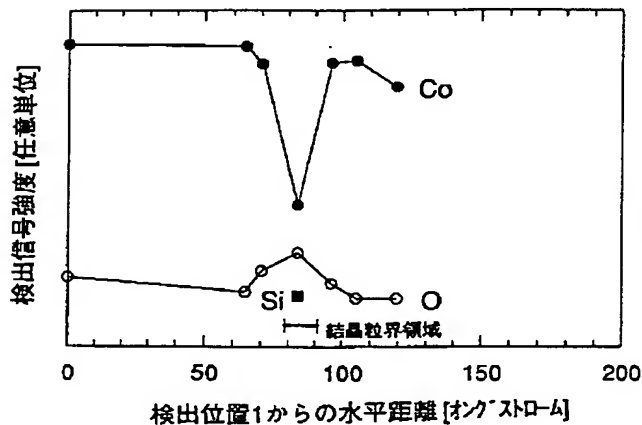
【図3】 図1中の各分析点におけるCo、Si、O 各元素検出信号強度を分析点1からの距離で表したグラフ。図中の横線は結晶粒界領域を示す。

【図4】 透過電子顕微鏡により観察した、SiO<sub>2</sub>添加CoNiCrPt磁性膜の結晶粒子構造の模式図。図中の1～5は分析点を示す。

【図1】



【図3】

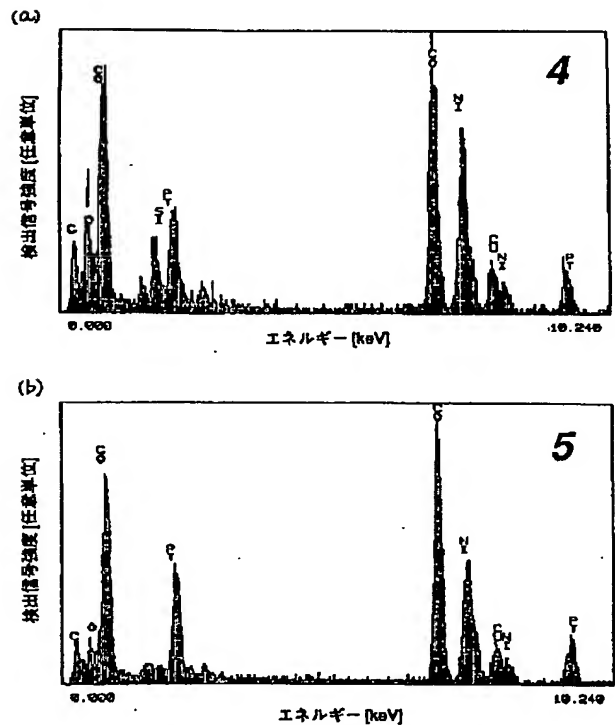


析点を示す。

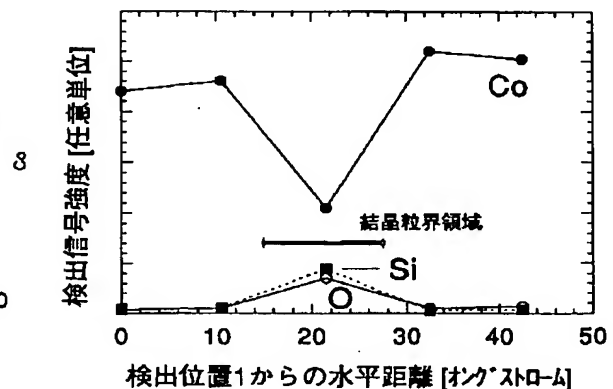
【図5】 (a) 図4中の3の点における透過電子線エネルギー分散型元素分析器の分析スペクトル、(b) 図4中の4の点における透過電子線エネルギー分散型元素分析器の分析スペクトル。

【図6】 図4中の各分析点におけるCo、Si、O 各元素検出信号強度を分析点1からの距離で表したグラフ。図中の横線は結晶粒界領域を示す。

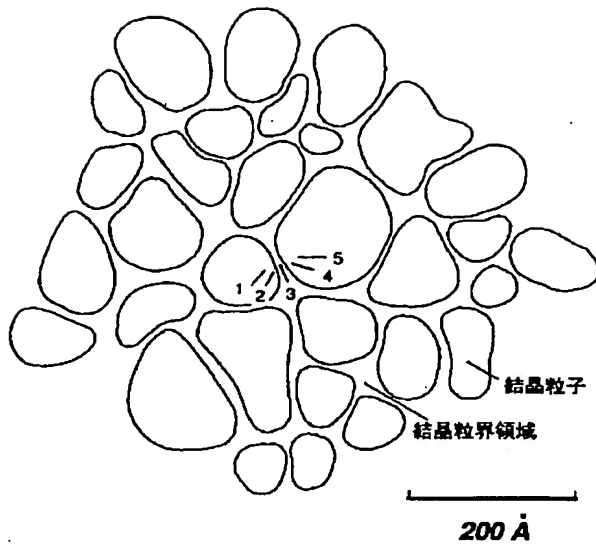
【図2】



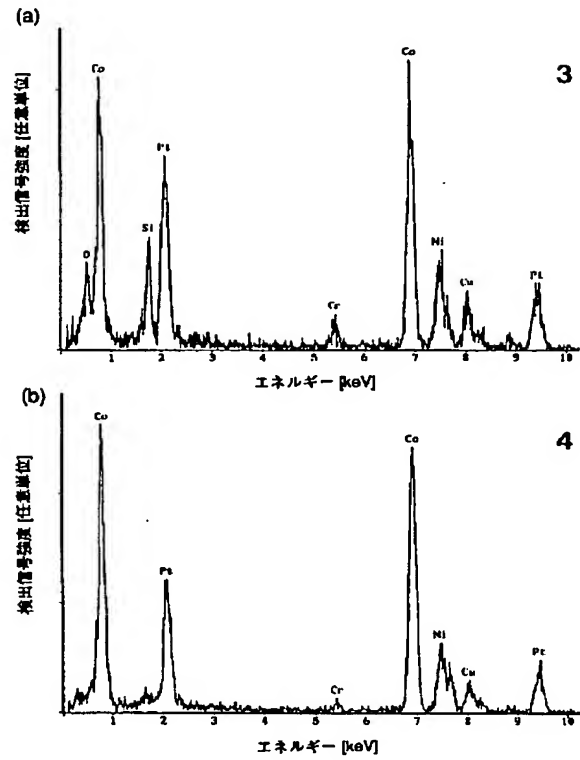
【図6】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>  
H 0 1 F 41/18

識別記号 庁内整理番号

F I

技術表示箇所